

File 351:Derwent WPI 1963-2002/UD,UM &UP=200267

(c) 2002 Thomson Derwent

*File 351: Alerts can now have images sent via all delivery methods.
See HELP ALERT and HELP PRINT for more info.

Set Items Description

S1 1 PN='SU 1532560'

1/5/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

008439648

WPI Acc No: 1990-326648/ 199043

XRAM Acc No: C90-141892

Symmetrical macrocyclic oligoester prepn. - by double azo-coupling of
bis-diazotised bisamino phenyl ether of oligo-ethylene glycol with
disodium salt of chromotropic acid

Patent Assignee: GEOCHEM ANALYT GEOC (GEOC-R)

Inventor: SAVVIN S B; SULTANOV A V

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week

SU 1532560 A 19891230 SU 4414702 A 19880422 199043 B

Priority Applications (No Type Date): SU 4414702 A 19880422

Abstract (Basic): SU 1532560 A

Symmetrical macrocyclic oligoethers have formula (I), where n is 0,
1, 2. Cpds. (I) are obtd. by double azo-coupling of bis-diazotised
bis-(2-aminophenyl)ether of oligoethylene glycol of formula (II), with
disodium salt of chromotropic acid in the presence of calcium
hydroxide. The process is conducted at pH 11.5-12.0.

Tests show that the proposed method increases the yield of (I) by
2-4 times. The time of synthesis is shortened and sepn. and purificn.
stages are simplified. Produced (I) has improved quality.

USE/ADVANTAGE - As a method of synthesis, sepn. and purificn. of
macrocyclic oligoethers (I), which can be used in analytical chemistry
as organic reagents in the determin. of barium, beryllium, lead and
molybdenum. Increased yield and quality of (I). Bul.48/30.12.89 (3pp
Dwg.No. 0/0)

Title Terms: SYMMETRICAL; MACROCYCLE; OLIGOESTER; PREPARATION; DOUBLE; AZO;
COUPLE; DI; DI; DI; AMINO; PHENYL; ETHER; OLIGO; ETHYLENE; GLYCOL; DI;
SODIUM; SALT; CHROMOTROPIC; ACID

Derwent Class: E12; E31; E32; J04

International Patent Class (Additional): C07D-273/00

File Segment: CPI

S2 1 PN='CH 654304'

B55

BEST AVAILABLE COPY



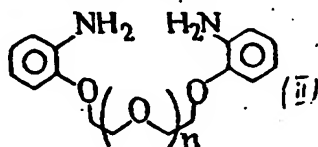
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

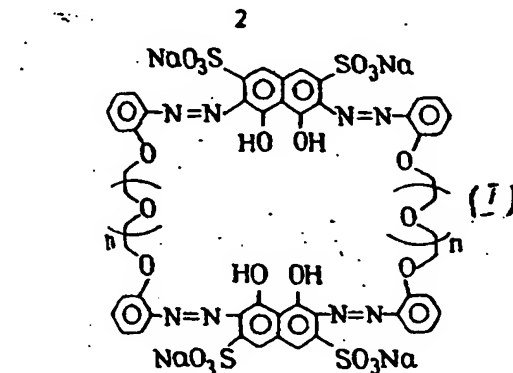
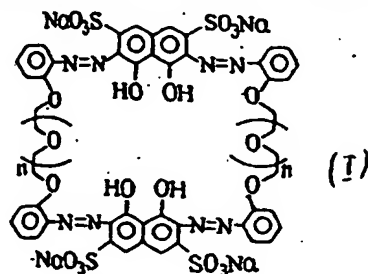
(21) 4414702/31-04
(22) 22.04.88
(46) 30.12.89. Бюл. № 48
(71) Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского
(72) А.В. Султанов и С.Б. Саввин
(53) 547.881(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР № 1139730, кл. C 07 D 273/00, 1985.
Авторское свидетельство СССР № 1139731, кл. C 07 D 273/00, 1985.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СИММЕТРИЧНЫХ
МАКРОЦИКЛИЧЕСКИХ ОЛИГОЭФИРОВ

(57) Изобретение относится к гетероциклическим соединениям, в частности к получению симметричных макроциклических олигоэфиров ф-лы (I)



Изобретение относится к органической химии, в частности к способу синтеза, выделению и очистке макроциклических олигоэфиров общей формулы

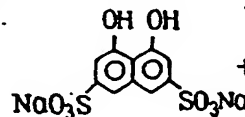


где $n=0,1,2$, которые находят применение в аналитической химии. Цель изобретения - повышение выхода целевого продукта. Получение ведут путем двойного азосочетания бисдиазотированного бис-(2-аминофенилового) эфира олигоэтиленгликоля формулы (II) с динатриевой солью хромотроповой кислоты в присутствии гидроксида кальция. Процесс ведут при pH 11,5-12,0. Выход целевого продукта увеличивается в 2-4 раза.

где $n=0,1,2$, которые находят применение в аналитической химии в качестве органических реагентов при определении бария, бериллия, свинца и молибдена.

Целью изобретения является повышение выхода и качества целевого продукта, упрощение технологии процесса.

Способ осуществляется согласно следующей схеме:



шивают до полного створения амина. Избыток азотистой кислоты разрушают добавлением сульфаминовой кислоты.

Азосочетание. К 50 мл воды, охлажденной до 0-5°C, добавляют несколько капель суспензии $\text{Ca}(\text{OH})_2$, приготовленной гашением 3 г CaO 30 мл H_2O до pH 11,5-12,0 и порциями по 5 мл поочередно добавляют раствор 2 г динатриевой кислоты в 20 мл H_2O и раствор соли диазония. Кислотность среды поддерживается на первоначальном уровне добавлением суспензии $\text{Ca}(\text{OH})_2$. После прибавления растворов реакционную смесь перемешивают еще 1 ч при комнатной температуре и высаживают продукт насыщенным раствором NaCl , осадок отфильтровывают и промывают 0,1 н. HCl до почти бесцветных промывных вод, затем ацетоном и высушивают в сушильном шкафу при 50-70°C. Выход 4,8 г (64%). $R_f=0,38$ (бутанол-пропанол-NH₃ aq, 50:30:80 на Silufol-254).

УФ-спектр в (H_2O), $\lambda_{\text{макс}}$ (ε): 570 нм ($5,07 \cdot 10^4$), $\lambda_{\text{макс}}$ (ε): 620 нм ($5,10 \cdot 10^4$) и $\lambda_{\text{макс}}$ (ε): 685 нм ($2,67 \times 10^4$).

Найдено, %: C 44,02; H 3,92; N 7,53; S 8,46

$\text{C}_{56}\text{H}_{56}\text{N}_8\text{Na}_4\text{O}_{28}\text{S}_4$

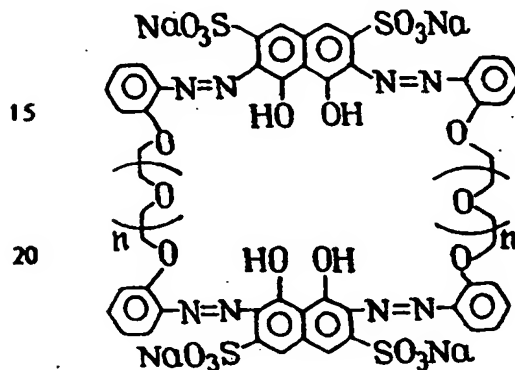
Вычислено, %: C 44,56; H 3,74; N 7,42; S 8,50.

Таким образом, использование предлагаемого способа позволяет получить симметричные макроциклические олигоэфиры на основе 2,7-бисазозамещенных хромотроповой кислоты с большим выходом. Выход продукта увеличивается в 2-4 раза по сравнению с известным способом. Вследствие уменьшения объема реакционной массы сокращается время синтеза и облегчается выделение и очистка (ликвидируются стадии пересадки) продукта, что имеет большое значение при промышленном вы-

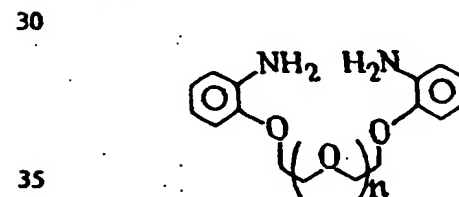
пуске органических соединений, успех применения которых определяется их высоким качеством.

5 Формула изобретения

Способ получения симметричных макроциклических олигоэфиров общей формулы (I)



25 где $n=0,1,2$,
путем двойного азосочетания бисдиазотированного бис(2-аминофенилового) эфира олигоэтиленгликоля формулы (II)



40 где $n=0,1,2$,
с динатриевой солью хромотроповой кислоты в присутствии активирующей добавки, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, повышения его качества и упрощения технологии процесса, в качестве активирующей добавки используют гидроксид кальция и процесс проводят при pH 11,5-12,0.

Редактор Т.Лазоренко Составитель Т.Раевская
Техред М.Ходанч Корректор М.Шароши

Заказ 8067/35 Тираж 352 Подписное

РНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101

BEST AVAILABLE COPY